

Requested document:	<a href="#">JP61289182 click here to view the pdf document</a>
---------------------	--

**ANTISTATIC AGENT FOR SYNTHETIC FIBER**

Patent Number:

Publication date: 1986-12-19

Inventor(s): SAIKI MASAJI; IMAI YOSHIO; TAKAGI MAKOTO

Applicant(s): TAKEMOTO OIL &amp; FAT CO LTD

Requested Patent: ☐ [JP61289182](#)

Application Number: JP19850130243 19850614

Priority Number(s): JP19850130243 19850614

IPC Classification: D06M13/32; D06M13/44

EC Classification: [D06M13/292](#)Equivalents: DE3661363D, ☐ [EP0209256](#), [B1](#), KR8802281, ☐ [US4632767](#)

---

**Abstract**

---

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2**BEST AVAILABLE COPY**

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭61-289182

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和61年(1986)12月19日

D 06 M 13/44  
13/326768-4L  
6768-4L

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑭ 発明の名称 合成繊維用帯電防止剤

⑰ 特 願 昭60-130243

⑱ 出 願 昭60(1985)6月14日

⑲ 発 明 者 齊 木 正 次 岡崎市福岡町字菱田44番4号  
 ⑲ 発 明 者 今 井 良 雄 蒲郡市大塚町上向山122番3号  
 ⑲ 発 明 者 高 木 誠 蒲郡市港町2番5号  
 ⑲ 出 願 人 竹本油脂株式会社 蒲郡市港町2番5号  
 ⑲ 代 理 人 弁理士 入山 宏正

## 明 細 書

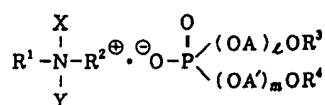
## 1. 発明の名称

合成繊維用帯電防止剤

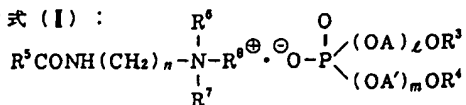
## 2. 特許請求の範囲

1 次の一般式(I)又は(II)で示され且つ副生物であるアルカリ金属ハライドの含有量が1重量%以下である第4級アンモニウムホスフェート塩5~50重量%と、炭素数18以上のアルキル基が50%以上である飽和アルキルリン酸エステルアルカリ金属塩50~95重量%とから成る合成繊維用帯電防止剤。

一般式(I):



一般式(II):



[但し、 $\text{R}^1, \text{R}^3$ :炭素数8~18の、アルキル基若しくはアルケニル基。 $\text{R}^2, \text{R}^6, \text{R}^7, \text{R}^8$ :炭素数1~3のアルキル基。 $\text{R}^4$ :水素又は炭

素数8~18の、アルキル基若しくはアルケニル基。 $\text{R}^5$ :炭素数7~17の、アルキル基若しくはアルケニル基。

$\text{X}, \text{Y}$ :  $\text{X}$ は炭素数1~3のアルキル基又は $-(\text{AO})_q\text{H}$ で示される基、 $\text{Y}$ は炭素数1~3のアルキル基又は $-(\text{A'O})_r\text{H}$ で示される基、ここに $\text{AO}, \text{A'O}$ は一般式(I)又は(II)の $\text{OA}, \text{OA}'$ と同じ、 $q, r$ は2~40の整数で $q+r=4\sim42$ 。

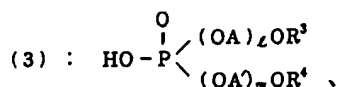
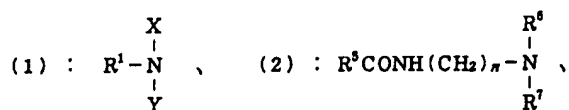
$\text{OA}, \text{OA}'$ :オキシエチレン基若しくはオキシプロピレン基の単独又は混合で、混合の場合はブロック結合又はランダム結合のいずれでもよい。

$\ell, m$ :0又は1~20の整数で $\ell+m=0\sim20$ 。 $n$ :2又は3。]

2 第4級アンモニウムホスフェート塩が5~20重量%、飽和アルキルリン酸エステルアルカリ金属塩が80~95重量%である特許請求の範囲第1項記載の合成繊維用帯電防止剤。

3 第4級アンモニウムホスフェート塩が、次の

式(1)又は(2)で示される第3級アミンを炭素数1~3のハロゲン化アルキルを用いて4級化し、次いでアルカリ金属アルコラートを用いてアニオン部分のハロゲンアニオンをアルコキシアニオンに交換し、この際副生するアルカリ金属ハライドを分離した後、更に次の式(3)で示されるモノ又はジアルキルリン酸エステルでアルコキシアニオンを交換して得られるものである特許請求の範囲第1項又は第2項記載の合成繊維用帯電防止剤。



[但し、 $\text{R}^1, \text{R}^3, \text{R}^4, \text{R}^5, \text{R}^6, \text{R}^7, \text{X}, \text{Y}, \ell$ ,

$m, n$ はいずれも一般式(I)又は(II)の場合と同じ]

### 3. 発明の詳細な説明

進みつつある今日では、油剤等の脱落による障害は一層大きくなっている。そこで必然、合成繊維に適用する帯電防止剤も、脱落の少ないものであることが要請される。

本発明は以上のような要請のある合成繊維用帯電防止剤に関するものである。

#### <従来の技術、その問題点>

一般に従来、合成繊維用帯電防止剤として各種の界面活性剤(カチオン、アニオン、非イオン、両性)があるが、その好例としてアルキルホスフェート塩がある。このアルキルホスフェート塩は、高湿度下乃至中湿度下において良好な帯電防止性を発揮し、脱落、熱処理による黄変、錆の発生も少ない利点を有するが、低湿度下において所期帯電防止性を発揮しないという問題点がある。

また従来、合成繊維用帯電防止剤として、トリメチルラウリルアンモニウムクロライド、トリエチルポリオキシエチレン(3モル)ステアリルアンモニウムメトサルフェート、トリブチルオクテールアンモニウムナイトレート等の第4級アンモニウム塩がある。これらの第4級アンモニウム塩は、高湿度下では勿論、低湿度下でも良好な帯電防止性を発揮する利点を有するが、脱落、熱処理による黄変、錆の発生で問題点がある。

#### <産業上の利用分野>

本発明は合成繊維用帯電防止剤に関する。

一般に合成繊維は、原糸原綿製造工程、紡績工程、編織工程、仕上工程等、更にはその製品において、帯電性が問題となる。この帯電性は例えば、糸の乱れや捲き付き更には毛羽立ち等による品質低下、操業上の障害、人体への電撃や衣服のまつわりつき、塵埃付着等を誘引する。そこで必然、合成繊維に帯電防止剤を適用することとなるが、この帯電防止剤は、高湿度下だけでなく、低湿度下でもその所期効果を発揮するものであることが要請される。

一方、合成繊維を製造する際に、各工程における機台への油剤等の脱落が大きな障害となっている。例えば、紡績工程においてドラフトゴムローラーへの脱落はローラー捲き付きとなり、ガイドやトランベットへの脱落はその清掃回数の増加となる。紡糸-延伸工程においてヒーター上への脱落はタール化となり、整経工程においてガイドへの脱落は毛羽や糸切れを発生する。高速化が更に

ウム塩がある。これらの第4級アンモニウム塩は、高湿度下では勿論、低湿度下でも良好な帯電防止性を発揮する利点を有するが、脱落、熱処理による黄変、錆の発生で問題点がある。

ところで、上記第4級アンモニウム塩における問題点は、第4級アンモニウムカチオンの対アニオンに起因すると考えられていて、実際にも、対アニオンが $\text{Cl}^-$ では錆が大きな問題点となり、また対アニオンが $\text{NO}_3^-$ や $\text{CH}_3\text{SO}_3^-$ では黄変が大きな問題点となる。そこで従来、該対アニオンとしてホスフェートアニオンを導入した第4級アンモニウム塩が提案されている(特公昭45-573号、特開昭54-70223号)。ところがこの種の第4級アンモニウムホスフェート塩は、高湿度下~低湿度下において良好な帯電防止性を発揮し、熱処理による黄変や錆の発生も少ない利点を有するが、脱落が多いという問題点がある。

#### <発明が解決しようとする問題点、その解決手段>

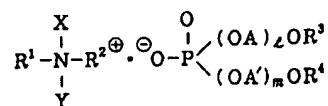
本発明は叙上の如き従来の問題点を解消するも

のである。

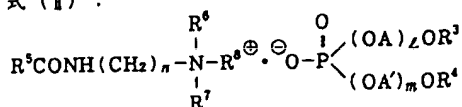
しかして本発明者らは、高湿度下～低湿度下において良好な帯電防止性を発揮し、脱落、熱処理による黄変及び錆の発生も少ない合成繊維用帯電防止剤を得るべく鋭意研究した結果、本発明を完成するに至った。

すなわち本発明は、次の一般式(I)又は(II)で示され且つ副生物であるアルカリ金属ハライドの含有量が1重量%以下である第4級アンモニウムホスフェート塩5～50重量%と、炭素数18以上のアルキル基が50%以上である飽和アルキルリン酸エステルアルカリ金属塩50～95重量%とから成る合成繊維用帯電防止剤に係る。

一般式(I)：

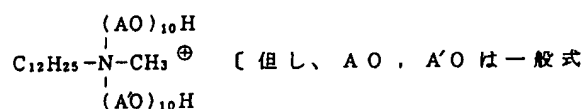


一般式(II)：



場合の第4級アンモニウムホスフェート塩では脱落が多くなり、また副生物であるアルカリ金属ハライドの含有量が第4級アンモニウムホスフェート塩に対し1重量%を超える場合は熱処理による黄変や錆の発生が多くなる。同じ意味で、特に錆の発生防止の点で、アルカリ金属ハライドの含有量は第4級アンモニウムホスフェート塩に対し0.3重量%以下とするのが好ましい。

一般式(I)又は(II)で示される本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩の具体例としては、次のような第4級アンモニウムカチオンとホスフェートアニオンとの組み合わせが挙げられる。第4級アンモニウムカチオンとして、トリメチルオクチルアンモニウムカチオン、トリエチルステアリルアンモニウムカチオン、



(I)の場合と同じ)、トリエチルオクチルアミドプロピルアンモニウムカチオン等、またホスフェ

[但し、 $\text{R}^1, \text{R}^3$ ：炭素数8～18の、アルキル基若しくはアルケニル基。 $\text{R}^2, \text{R}^6, \text{R}^7, \text{R}^8$ ：炭素数1～3のアルキル基。 $\text{R}^4$ ：水素又は炭素数8～18の、アルキル基若しくはアルケニル基。 $\text{R}^5$ ：炭素数7～17の、アルキル基若しくはアルケニル基。

$\text{X}, \text{Y}$ ： $\text{X}$ は炭素数1～3のアルキル基又は $-(\text{AO})_q\text{H}$ で示される基、 $\text{Y}$ は炭素数1～3のアルキル基又は $-(\text{AO}')_r\text{H}$ で示される基、ここに $\text{AO}, \text{AO}'$ は一般式(I)又は(II)の $\text{OA}, \text{OA}'$ と同じ、 $q, r$ は2～40の整数で $q+r=4\sim 42$ 。

$\text{OA}, \text{OA}'$ ：オキシエチレン基若しくはオキシプロピレン基の単独又は混合で、混合の場合はブロック結合又はランダム結合のいずれでもよい。

$\ell, m$ ：0又は1～20の整数で $\ell+m=0\sim 20$ 。 $n$ ：2又は3。

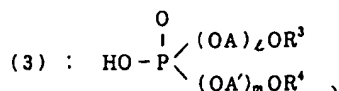
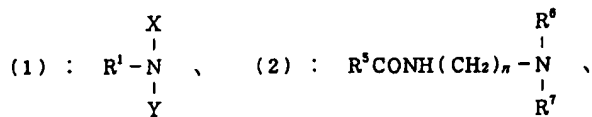
一般式(I)又は(II)において、 $\text{R}^1, \text{R}^3$ の炭素数が8より小さい場合や $\text{R}^5$ の炭素数が7より小さい

ートアニオンとして、ポリオキシエチレン(3モル)ラウリルリン酸エステルアニオン、ポリオキシエチレン(10モル)ステアリルリン酸エステルアニオン、オクチルリン酸エステルアニオン等である。

次に、本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩を製造する方法について説明する。本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩は、その特長ある化学構造等により、従来公知の方法では実用上有利に得ることができない。従来例えば、第3級アミンとリン酸の低級アルキルトリエステルとを直接に反応させ、アルカリ金属ハライド等が副生しない方法(特公昭45-573号や特開昭54-70223号公報に記載の方法)があるが、リン酸トリエステルとして長鎖アルキル基を含むものは第3級アミンとの反応性が低いため、本願発明のような第4級アンモニウム長鎖アルキルホスフェート塩の製造には実用上不利である。また同様に、モノ長鎖アルキルトリ短鎖アルキルアンモニウムハライドにモノ及び/又はジ長鎖アルキ

ルリン酸エステルアルカリ金属塩を等モル添加し、水系又はメタノールやイソプロパノール等のアルコール溶媒系で塩交換して、副生するアルカリ金属ハライド等の無機物を分別し、第4級アンモニウムホスフェート塩を製造する方法も知られている。この従来法は、アニオン活性剤とカチオン活性剤の結合した所謂コンプレックス塩の製造並びにそれらの精製法として最も一般的であるが、副生する無機物含有量を1重量%以下という低水準にするには不適当である。その理由は、使用する第4級アンモニウムハライド及びリン酸エステルアルカリ金属塩がともに長鎖アルキル基を含有し、水系又はアルコール溶媒系におけるそれらの濃度が工業上有利に実施できる範囲である10～50重量%という比較的高濃度の状態とするために、塩交換反応が化学量論的に行われ難く、したがって未反応の第4級アンモニウムハライドやリン酸エステルアルカリ金属塩が残存することになり、結局、アルカリ金属ハライドの含有量を第4級アンモニウムホスフェート塩に対し1重量%以下に

える。



[但し、 $R^1$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$ ,  $R^6$ ,  $R^7$ ,  $X$ ,  $Y$ ,  $\theta$ ,  $m$ ,  $n$  はいずれも一般式(I)又は(II)の場合と同じ]

本発明に係る帯電防止剤は、本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩を単独系で合成繊維用紡績油剤成分に使用することも可能であるが、該第4級アンモニウムホスフェート塩を従来の帯電防止剤へ適量加えた配合系で使用するとなお一層有効となる場合がある。そのような好適配合例として、本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩をアルキルホスフェート系帯電防止剤へ適量加えた配合系は、合成繊維に対し、そのアルキルホスフェート系単独系では予見できない良好な水準

することが実用上困難となるからである。

本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩は、以下に例示する製造方法により初めて、実用上容易に得ることができる。すなわち、次の式(1)又は(2)で示される第3級アミンをハロゲン化アルキル〔アルキル基は一般式(I)又は(II)の $R^2$ ,  $R^3$ 〕にて4級化し、次いで低級アルコール系溶媒の存在下又は非存在下に、アルカリ金属低級アルコラートにてアニオン部分のハロゲンアニオンを低級アルコシアニオンに交換し、この際副生するアルカリ金属ハライドを分離した後、更に次の式(3)で示されるモノ又はジアルキルリン酸エステルでアルコシアニオンを交換して得るのである。ここに使用するアルカリ金属アルコラートとしては、ソジウムメチラート、ソジウムエチラート、カリウムイソプロポキシド等があるが、ソジウムメチラートが工業上有利である。また塩交換反応やその後の分離操作を容易とするために、メタノール、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコールを溶媒として用いる方がより好ましい結果を与

にまで帯電防止性を付与する他、より一層ゴムローラへの捲付きと脱落を防止し、良好なコイリングフォームを得ることもできるのである。

かかる配合系について更に詳しく説明すれば、本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩を適量加えることによって、その性能が高度に改善されるアルキルホスフェート系帯電防止剤の好適な対象としては、アルキル基の主成分が炭素数18以上からなる飽和アルキルリン酸エステルアルカリ金属塩を挙げることができる。そのような配合系において、本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩の配合割合は5～50重量%が適切であり、具体的な最適配合割合は第4級アンモニウムホスフェート塩やリン酸エステルアルカリ金属塩の種類によって異なるが、特に好ましいのは第4級アンモニウムホスフェート塩を5～20重量%（したがってリン酸エステルアルカリ金属塩を95～80重量%）にする場合である。

<作用等>

本発明に係る帯電防止剤は、ポリエステル、ポ

リアクリロニトリル、ポリアミド等、合成繊維単独又は、これと天然繊維や化学繊維との混紡に適用できる。これらの合成繊維（混紡を含む）に対するその付与量は、通常0.01～2重量%、好ましくは0.01～0.5重量%である。具体的な付与段階及び付与方法は、例えば紡糸工程中のフィラメントにローラー給油してもよいし、トウヤステープルファイバー又は繊維製品に浸漬、スプレー等で付与してもよい。

以下、実施例及び比較例を挙げて本発明の構成及び効果をより具体的に示すが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

#### <試験区分1>

- ・本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩の合成（A-1の場合）：

オクチルアルコール3モルに、攪拌しながら無水リン酸1モルを60～70℃で1時間要して投入し、更に70℃×3時間反応させ、オクチルリン酸モノ、ジ混合エステルを得た。別に、オクチルジメチルアミン0.5モルとメタノール200ml

A-1の場合と同様の方法で得た。

- ・B-1～B-8の合成：

A-1の場合と同様の方法で得た。

- ・B-9～B-12の場合：

従来品を使用した。

- ・B-13の合成：

ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド347.5g（1モル）と、モノ、ジセスキステアリルリン酸ナトリウム334.7g（1モル）とを、イソプロピルアルコール/水=95/5（容量比）からなる混合溶媒2000mlに加温溶解させ、60℃にて1時間、加熱攪拌した。次いで、析出した塩化ナトリウムを45～50℃の加温下に戸別した。得られた戸液から加熱減圧下にイソプロピルアルコールを留去させて、固形分80%のトリメチルステアリルアンモニウムステアリルリン酸エステルを得た。

- ・B-14の合成：

ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド347.5g（1モル）と、50%含水状態のモノ、

をオートクレーブに仕込み、系内を窒素ガス置換した後、メチルクロライド0.5モル相当を導入し、60～70℃×3時間反応させて、オクチルトリメチルアンモニウムクロライドを得た。これに28%ソジウムメチラート-メタノール溶液96g（ソジウムメチラートとして0.5モル相当）を徐加して塩交換させ、副生した塩化ナトリウムを戸別し、戸液としてオクチルトリメチルアンモニウムメトキシドのメタノール溶液を得た。そして、このメタノール溶液に前述のオクチルリン酸モノ、ジ混合エステル0.5モルを加え、メタノールを留去してから水で希釈し、オクチルトリメチルアンモニウムオクチルリン酸塩（A-1）の50重量%水溶液を得た。

その他の第4級アンモニウムホスフェート塩（A-2～A-11、B-1～B-16、但しB-12を除く、いずれもA記号を冠したものだけが本発明の第4級アンモニウムホスフェート塩）の合成等は次のように行なった。

- ・A-2～A-11の合成：

ジセスキリン酸ナトリウム668g（1モル相当）とを、イソプロピルアルコール2000mlに加温溶解させ、加熱攪拌しながら共沸下に水-イソプロピルアルコール1000mlを留去させた。次いで、イソプロピルアルコール1000mlを加えて希釈し、35～40℃にて析出した塩化ナトリウムを戸別した。得られた戸液から加熱減圧下にイソプロピルアルコールを留去させて、固形分80%のトリメチルステアリルアンモニウムステアリルリン酸エステルを得た。

- ・B-15の合成：

B-13の場合と同様の方法で得た。

- ・B-16の合成：

B-14の場合と同様の方法で得た。

以下に記載する各例（B-12を除く）は、最初がカチオン部分・次がアニオン部分（B-9～12を除き、その他はいずれも前記A-1の場合と同様にモノ、ジ混合）・最後が副生物であるアルカリ金属ハライド（NaCl またはKCl）の対有効成分含有量（重量%、ホルバルト法により測定、

B-9~12を除く)、POEはポリオキシエチレン、POPはポリオキシプロピレン、EOはオキシエチレンの略である。

A-1: トリメチルオクチルアンモニウム・  
オクチルリン酸エステル・0.18

A-2: トリメチルオクチルアンモニウム・  
ステアリルリン酸エステル・0.14

A-3: トリメチルステアリルアンモニウム  
・オクチルリン酸エステル・0.14

A-4: トリメチルステアリルアンモニウム  
・ステアリルリン酸エステル・0.1  
0

A-5: トリエチルオクチルアミドプロピル  
アンモニウム・POE(4モル)オ  
クチルリン酸エステル・0.20

A-6: トリエチルオクチルアミドプロピル  
アンモニウム・POE(15モル)  
ステアリルリン酸エステル・0.24

A-7: トリエチルステアリルアミドプロピ  
ルアンモニウム・POE(2モル)

B-3: トリメチルオクチルアンモニウム・  
ブチルリン酸エステル・0.34

B-4: トリエチルブチルアミドプロピルア  
ンモニウム・オクチルリン酸エステ  
ル・0.75

B-5: トリエチルブチルアミドプロピルア  
ンモニウム・ステアリルリン酸エス  
テル・0.63

B-6: モノメチルジオクチルブチルアミド  
プロピルアンモニウム・ブチルリン  
酸エステル・0.01

B-7: 
$$\begin{array}{c} (\text{EO})_5\text{H} \\ | \\ \text{C}_6\text{H}_{17}-\text{N}-\text{CH}_3^{\oplus} \\ | \\ (\text{EO})_5\text{H} \end{array}$$
・オクチルリン酸エ  
ステル・0.83

B-8: 
$$\begin{array}{c} (\text{EO})_5\text{H} \\ | \\ \text{C}_6\text{H}_{17}-\text{N}-\text{CH}_3^{\oplus} \\ | \\ (\text{EO})_5\text{H} \end{array}$$
・ブチルリン酸エス  
テル・0.72

B-9: トリメチルオクチルアンモニウム・

POP(1モル)ブロック-オク  
チルリン酸エステル・0.23

A-8: トリエチルステアリルアミドプロピ  
ルアンモニウム・POE(5モル)  
POP(1モル)ランダム-ステ  
アリルリン酸エステル・0.24

A-9: 
$$\begin{array}{c} (\text{EO})_5\text{H} \\ | \\ \text{C}_6\text{H}_{17}-\text{N}-\text{CH}_3^{\oplus} \\ | \\ (\text{EO})_5\text{H} \end{array}$$
・オクチルリン酸エ  
ステル・0.63

A-10: 
$$\begin{array}{c} (\text{EO})_{15}\text{H} \\ | \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37}-\text{N}-\text{CH}_3^{\oplus} \\ | \\ (\text{EO})_{15}\text{H} \end{array}$$
・ステアリルリン酸  
エステル・0.27

A-11: トリメチルオクチルアンモニウム・  
オクチルリン酸エステル・0.80

B-1: トリメチルヘキシルアンモニウム・  
オクチルリン酸エステル・0.25

B-2: トリメチルヘキシルアンモニウム・  
ステアリルリン酸エステル・0.20

クロライド

B-10: トリエチルオクチルアミドプロピル  
アンモニウム・メトサルフェート

B-11: 
$$\begin{array}{c} (\text{EO})_5\text{H} \\ | \\ \text{C}_6\text{H}_{17}-\text{N}-\text{CH}_3^{\oplus} \\ | \\ (\text{EO})_5\text{H} \end{array}$$
・ナイトレート

B-12: ラウリルホスフェートカリウム塩

B-13: トリメチルステアリルアンモニウム  
・ステアリルリン酸エステル・2.10

B-14: トリメチルステアリルアンモニウム  
・ステアリルリン酸エステル・1.43

B-15: トリメチルオクチルアンモニウム・  
オクチルリン酸エステル・2.47

B-16: トリメチルオクチルアンモニウム・  
オクチルリン酸エステル・1.71

そして先ず、以上のA-1~A-11及びB-  
1~B-16について、次の測定乃至評価を行な  
った。

・測定乃至評価:

・電気抵抗値の測定、黄変の評価; ポリエス

テルステーブルファイバー（1.4デニール×38mm）に対して、各例をスプレー法にて0.1%（有効重量%）付与し、60℃×1時間乾燥して供試綿とした。そして、この供試綿を、25℃×40%RH又は25℃×65%RHで24時間放置し、それぞれの電気抵抗値を測定した。また、前記供試綿を、150℃×2時間熱処理し、それぞれの黄変度合を目視観察で評価した。

・・摩擦帯電圧の測定；精練したアクリル織布を各例の0.2%（有効重量%）水溶液中に浸漬した後、60℃×1時間乾燥した。そしてこれを、25℃×40%RHで24時間放置し、それぞれの摩擦帯電圧をロータリースタチックテスターにより測定した。

・・脱落の評価；ポリエステルステーブルファイバー（1.4デニール×38mm）に対して、各例をスプレー法にて0.12%（有効重量%）付与し、30℃×70%RHで24時間放置した。そしてこれを用い、梳綿機にて作製された篠10kgを練糸機に通過させ、フロントローラーから出たスラ

イバーが集束されるトランベットに付着した脱落物を目視観察し、脱落物が少なく良好なものから多くて不良のものまでを、○→◎→△→×の5段階で評価した。

・・錆の評価；洗浄した編針を、各例の2%（有効重量%）水溶液中に浸漬した後、20℃×100%RHで24時間放置し、それぞれの編針の発錆状態を目視観察で評価した。

いずれも結果は、第1表又は第2表に示した。

第1表（A記号例の結果）

A- No	電気抵抗値(Ω)		摩擦帯 電圧(V)	脱落	黄変	錆
	25℃×40%RH	25℃×65%RH				
1	1.2	8.8	100	○	無し	無し
2	4.3	1.6	200	○	・	・
3	5.7	3.3	170	○	・	・
4	8.5	5.3	450	○	・	・
5	3.2	1.3	180	○	・	・
6	6.5	4.5	250	○	・	・
7	6.3	4.3	210	○	・	・
8	8.8	7.4	470	○	・	・
9	1.3	9.0	100	○	・	僅か有り
10	3.3	2.1	120	○	・	無し
11	1.5	8.5	100	○	・	僅か有り

第2表（B記号例の結果）

B- No	電気抵抗値(Ω)		摩擦帯 電圧(V)	脱落	黄変	錆
	25℃×40%RH	25℃×65%RH				
1	1.0	1.1	110	×	僅か有り	無し
2	4.2	1.0	170	△	無し	・
3	3.2	9.5	100	×	僅か有り	・
4	3.5	2.1	210	×	無し	・
5	4.7	3.5	350	△	・	・
6	1.5	170	700	△	・	・
7	1.3	1.2	100	×	・	・
8	1.1	8.8	100	×	・	・
9	3.5	2.2	210	△	有り	著るしく大
10	3.1	3.6	480	×	・	・
11	7.7	4.4	400	×	・	・
12	600	890	1400	○	無し	無し
13	8.3	6.1	430	◎	有り	著るしく大
14	8.4	5.9	400	○	僅か有り	・
15	1.1	1.7	90	×	・	・
16	4.0	1.5	360	△	・	・



注) 第1表及び第2表を通じて、25℃×40% RHの電気抵抗値は表中数値×10<sup>7</sup>、25℃×65% RHの電気抵抗値は表中数値×10<sup>5</sup>。  
 ・これらは第5表及び第6表の場合も同じ。

#### <試験区分2>

第3表又は第4表に記載の成分配合(重量%)からなる各油剤(実施例1~12、比較例1~9)のエマルジョンを調整し、それぞれをポリエステルスチールファイバー(1.4デニール×38mm)ヘスプレー法にて0.15重量%付着させ、第5表又は第6表に記載の温湿度で24時間放置したものを試料綿とした。そして、次の測定乃至評価を行なった。結果を第5表又は第6表に示した。

・測定乃至評価:

・電気抵抗の測定: 試験区分1の場合と同様に測定した。

・ローラー捲付きの測定: 試料綿を用い、粗紡機にて作製した粗糸を精紡機にて紡出し、この際の処理ゴムローラー(山之内ゴム社製、硬度82度)への繊維の捲付き回数を測定した。

・脱落の評価: 試験区分1の場合と同様にしない、脱落物が殆んどなく良好なものから多くて不良なものまでを、◎→○→⊙→△→×の5段階で評価した。

・コイリングフォームの評価: 試料綿を練糸工程に供し、できあがったスライバーの形が良好なものから不良なものまでを、◎→○→⊙→△→×の5段階で評価した。

第3表(実施例)

No	成 分						
	A-1	A-4	A-5	A-10	P-1	P-2	P-3
1	5				95		
2	10				90		
3		10			90		
4			10		90		
5	15					85	
6				15			85
7	20				80		
8		20				80	
9	30				70		
10		30				70	
11			40				60
12	45				55		

第4表(比較例)

No	成 分									
	A-1	A-4	B-15	B-16	B-13	B-3	P-1	P-2	P-4	P-5
1			5				95			
2				10			90			
3			15					85		
4			30				70			
5					30			70		
6	10								90	
7		20								80
8	30									70
9						10	90			

注) 第3表及び第4表を通じて、各成分の記号は以下の内容である。

A-1, A-4, A-5, A-10, B-3, B-13, B-15, B-16はそれぞれ前記のもの。

P-1, P-2, P-3はいずれも飽和アルキルリン酸エステルカリウム塩で、アルキル基がそれぞれ、オクタデシル/ヘキサデシル=90/10,

同85/15, 同65/35のもの。

P-4, P-5はそれぞれヘキサデシルリン酸カリウム塩, ドデシルリン酸カリウム塩である。

第5表(実施例の結果)

No	電気抵抗値(Ω)		ローラー捲付き(回)	脱 落	コイリングフォーム
	25℃×40%RH	25℃×65%RH			
1	9.2	12.5	0	◎	◎
2	6.3	10.0	0	○	○
3	7.4	11.2	0	◎	◎
4	4.5	8.2	1	○	○
5	6.0	9.5	0	○	○
6	3.0	7.0	7	○	⊙
7	2.8	6.5	2	○	○
8	7.2	10.5	0	◎	◎
9	2.5	5.4	7	○	○
10	5.3	9.0	6	○	○
11	1.4	3.2	10	○	⊙
12	1.8	3.6	8	○	⊙

第6表(比較例の結果)

No.	電気抵抗値( $\Omega$ )		ローラー 捲付き(回)	脱落	コイリング フォーム
	25℃×40%RH	25℃×65%RH	30℃×70%RH	30℃×70%RH	30℃×70%RH
1	9.0	11.8	7	⊖	×
2	6.0	9.6	10	⊖	×
3	6.2	9.0	12	△	×
4	2.0	5.2	15	△	×
5	4.9	8.8	20	×	×
6	8.3	10.3	18	○	×
7	2.1	5.1	15	⊖	×
8	1.0	2.8	17	⊖	×
9	6.2	8.9	7	△	△

## &lt;発明の効果&gt;

第2表に対する第1表の結果、及び第6表に対する第5表の結果からも明らかなように、以上説明した本発明には、高湿度下～低湿度下において良好な帯電防止性を発揮し、併せて脱落や加熱による黄変並びに錆の発生も少なく、良好なコイリングフォームが得られるという総合効果がある。